

10/517206

PCT/JP 03/07637

日本国特許庁  
JAPAN PATENT OFFICE

09.07.03

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日  
Date of Application: 2002年11月27日

REC'D 29 AUG 2003

出願番号  
Application Number: 特願2002-344510

[ST. 10/C]: [JP 2002-344510]

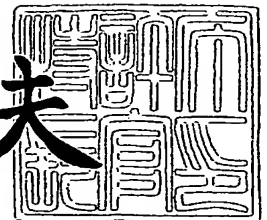
出願人  
Applicant(s): 積水化学工業株式会社

PRIORITY DOCUMENT  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH  
RULE 17.1(a) OR (b)

2003年 8月15日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

今井康夫



【書類名】 特許願

【整理番号】 02P01305

【提出日】 平成14年11月27日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 H05B 33/04

【発明者】

【住所又は居所】 大阪府三島郡島本町百山 2 - 1 積水化学工業株式会社  
社内

【氏名】 島津 宏宣

【特許出願人】

【識別番号】 000002174

【氏名又は名称】 積水化学工業株式会社

【代表者】 大久保 尚武

【先の出願に基づく優先権主張】

【出願番号】 特願2002-175965

【出願日】 平成14年 6月17日

【先の出願に基づく優先権主張】

【出願番号】 特願2002-213909

【出願日】 平成14年 7月23日

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 005083

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 封止フィルム、両面粘着テープ、及び、これらを用いた有機エレクトロルミネッセンス素子

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 防湿性フィルムからなる基材と、光硬化性粘着剤からなる粘着層とからなる封止フィルムであって、前記光硬化性粘着剤が、60℃、90%RHにてJIS Z 0208に準拠した透湿カップ法による透湿度が $30\text{ g/m}^2 \cdot 24\text{ h}$ 以下であることを特徴とする封止フィルム。

【請求項 2】 光硬化性粘着剤が、光カチオン重合性化合物、光カチオン重合開始剤、粘着性ポリマー及び充填剤を含有するものであり、前記光カチオン重合性化合物の配合量が、前記光カチオン重合性化合物と粘着性ポリマーとの合計100重量部に対して、10～95重量部であることを特徴とする請求項 1 記載の封止フィルム。

【請求項 3】 充填剤の配合量が、光カチオン重合性化合物と粘着性ポリマーとの合計100重量部に対して、5～50重量部であることを特徴とする請求項 2 記載の封止フィルム。

【請求項 4】 透明又は半透明の基板上に設けられた電子注入電極と有機薄膜と正孔注入電極とからなる薄膜構造体の外側を請求項 1、2 又は 3 記載の封止フィルムで被覆することにより、前記薄膜構造体が封止されてなることを特徴とする有機エレクトロルミネッセンス素子。

【請求項 5】 薄膜構造体の外側を無機物からなる保護膜で封止し、更に前記保護膜の上から封止フィルムで被覆することにより、前記薄膜構造体が封止されてなることを特徴とする請求項 4 記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

【請求項 6】 封止フィルムに光を照射した後に薄膜構造体の外側を前記封止フィルムにより被覆してなることを特徴とする請求項 4 又は 5 記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

【請求項 7】 光硬化性粘着剤からなる粘着層の両面にセパレーターを有する両面粘着テープであって、前記光硬化性粘着剤が、60℃、90%RHにてJIS Z 0208に準拠した透湿カップ法による透湿度が $30\text{ g/m}^2 \cdot 24\text{ h}$

／100  $\mu$ m以下であることを特徴とする両面粘着テープ。

【請求項 8】 光硬化性粘着剤が、光カチオン重合性化合物、光カチオン重合開始剤、粘着性ポリマー及び充填剤を含有するものであり、前記光カチオン重合性化合物の配合量が、前記光カチオン重合性化合物と粘着性ポリマーとの合計 100 重量部に対して、10～95 重量部であることを特徴とする請求項 7 記載の両面粘着テープ。

【請求項 9】 充填剤の配合量が、光カチオン重合性化合物と粘着性ポリマーとの合計 100 重量部に対して、5～50 重量部であることを特徴とする請求項 8 記載の両面粘着テープ。

【請求項 10】 粘着性ポリマーが、芳香族性エポキシ基を有する化合物の重合体を粘着剤全量に対して 30 重量%以上含有してなることを特徴とする請求項 8 又は 9 記載の両面粘着テープ。

【請求項 11】 光カチオン重合性化合物中が、芳香族性エポキシ基を 1 つのみ有する化合物を含有してなることを特徴とする請求項 8、9 又は 10 記載の両面粘着テープ。

【請求項 12】 請求項 7、8、9、10 又は 11 記載の両面テープの一方のセパレーターを剥離し、前記セパレーターを剥離した側の粘着層の表面に光を照射した後、透明又は半透明の基板上に設けられた電子注入電極と有機薄膜と正孔注入電極とからなる薄膜構造体と、前記光を照射した粘着層とが対向するように前記両面粘着テープを前記薄膜構造体の外側に被覆し、前記両面粘着テープのもう一方のセパレーターを剥離し、更に前記粘着層上にガラス板を被せることにより前記薄膜構造体が封止されてなることを特徴とする有機エレクトロルミネッセンス素子。

【請求項 13】 請求項 7、8、9、10 又は 11 記載の両面テープの一方のセパレーターを剥離し、前記セパレーターを剥離した側の粘着層の表面に光を照射した後、透明又は半透明の基板上に設けられた電子注入電極と有機薄膜と正孔注入電極とからなる薄膜構造体と、前記光を照射した粘着層とが対向するように前記両面粘着テープを前記薄膜構造体の外側に被覆し、前記両面粘着テープのもう一方のセパレーターを剥離し、更に前記粘着層上に無機膜を形成することによ

り前記薄膜構造体が封止されてなることを特徴とする有機エレクトロルミネッセンス素子。

【請求項 14】 薄膜構造体の外側を無機物からなる保護膜で封止し、更に前記保護膜の上から両面粘着テープを被覆することにより、前記薄膜構造体が封止されてなることを特徴とする請求項 13 又は 14 記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

【請求項 15】 粘着層が薄膜構造体を囲うように形成されていることを特徴とする請求項 4、5、6、12、13 又は 14 記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、封止フィルム、両面粘着テープ、及び、これらを用いてなる有機エレクトロルミネッセンス素子に関する。

【0002】

【従来の技術】

有機エレクトロルミネッセンス材料（以下、有機 EL 材料ともいう）を発光層に用いた電界発光素子（以下、有機 EL 素子ともいう）は、通常、基板上に設けられた一の電極上に、正孔注入層、発光層及び電子注入層が、順次、積層され、更にその上に他の電極が設けられた構造となっている。かかる構成からなる有機 EL 素子は、自己発光を行うため視認性が良く、固体素子であるため耐衝撃性に優れ、直流低電圧駆動素子を実現するものとして注目を集めている。

【0003】

このような有機 EL 材料を用いた電界発光素子は、無機薄膜素子（有機分散型無機 EL 素子）、例えば、ZnS:Mn 系の無機薄膜素子に比較して、長期保存信頼性（寿命）に欠ける等の実用性を阻む問題点を有していた。しかし、最近では、有機薄膜層を形成する有機材料の改良、カソード金属材料の改良、パッシベーション（ガスバリア膜）の研究が進み、環境放置信頼性試験においてもその特性が改善されてきており、素子駆動時の半減寿命も 1 万時間を超える報告がなさ

れている。

#### 【0004】

しかしながら、有機EL素子を構成する発光層、正孔注入層及び電子注入層の材料である発光材料、正孔注入材料及び電子注入材料等の有機固体は、水分、酸素等に侵されやすいという問題が完全に解決されたとは言えない。また、有機固体の上下に設けられている対向電極は、酸化により特性が劣化するため、封止をしていない有機EL素子を大気中で駆動させると発光特性が急激に劣化する。従って、実用的な有機EL素子を得るためには、有機固体に水分や酸素が侵入しないように、また、対向電極が酸化されないように、素子を封止して長寿命化を図る必要がある。

#### 【0005】

有機固体及び対向電極を大気と遮断する方法として、特開平9-148066号公報には、積層構成体部分を、金属又はガラス等の気密容器で封止し、更に気密容器の内部に乾燥剤を入れる方法が開示されており、特開平8-111286号公報には、積層構成体の表面を、酸化珪素又は窒化珪素の保護膜で覆う方法が開示されており、特開平7-192867号公報には、金属電極の上から紫外線硬化樹脂で被覆する方法が開示されており、特開2000-223264号公報には、無機膜及び有機膜を多層に成膜して大気と遮断する方法が開示されており、特開平5-101884号公報には、防湿性高分子フィルムと熱硬化性粘着層とからなる封止フィルムにより大気と遮断する方法が開示されている。

#### 【0006】

【特許文献】 特開平9-148066号公報

【特許文献】 特開平8-111286号公報

【特許文献】 特開平7-192867号公報

【特許文献】 特開2000-223264号公報

【特許文献】 特開平5-101884号公報

#### 【0007】

しかしながら、気密容器で封止する方法は、気密容器を設けたことにより厚さが厚くなると共に重量も重くなるという問題があった。また、酸化珪素や窒化珪

素の保護膜で覆う方法は、素子のリペア（障害素子をレーザー等によって焼断させてオープンにする）時や製造作業時等において、物がぶつかることによる傷の発生を防ぐために膜厚を厚くする必要があるが、膜厚を厚くすると残留応力が増して基板を反らせたり、クラックが発生して特性を劣化させ、また、膜厚を厚くすると成膜時間が長くなるという問題があった。また、樹脂のみで覆う方法は、水分の遮断が充分でなく、性能的に問題があった。

また、無機膜及び有機膜を多層化したものは、ある程度の水分は遮断でき、軽量化ができるものの、複数回の製膜は、時間及びコストがかかるという問題があった。また、防湿性高分子フィルムと粘着層とからなる封止フィルムにより封止する方法では、粘着層を硬化する際に、素子を直接加熱したり、素子に光を照射したりするため、素子が劣化するという問題や、粘着層が硬化するときに発生するガスにより素子が劣化するという問題があった。

#### 【0008】

##### 【発明が解決しようとする課題】

本発明は、上記に鑑み、透明又は半透明の基板上に設けられた電子注入電極と有機薄膜と正孔注入電極とからなる薄膜構造体を直接加熱したり、薄膜構造体に光を照射したりすることなく、また、粘着層の硬化時に発生するガスの影響を受けることなく薄膜構造体を簡易に封止することができ、更に、封止した薄膜構造体が酸素や水分の浸入により劣化することがないため、長寿命の有機エレクトロルミネッセンス素子とすることができる封止フィルム、両面粘着テープ、及び、これらを用いてなる有機エレクトロルミネッセンス素子を提供することを目的とする。

#### 【0009】

##### 【課題を解決するための手段】

本発明 1 は、防湿性フィルムと粘着層とからなる封止フィルムであって、前記粘着層が、光硬化性粘着剤からなり、前記光硬化性粘着剤が、60℃、90%RHにてJIS Z 0208に準拠した透湿カップ法による透湿度が30 g/m<sup>2</sup>・24 h/100 μm以下である封止フィルムである。

#### 【0010】

本発明 2 は、透明又は半透明の基板上に設けられた電子注入電極と有機薄膜と正孔注入電極とからなる薄膜構造体の外側を本発明の 1 の封止フィルムで被覆することにより、前記薄膜構造体が封止されてなる有機エレクトロルミネッセンス素子である。

#### 【0011】

本発明 3 は、粘着層の両面にセパレーターを有する両面粘着テープであって、前記粘着層は、光硬化性粘着剤からなり、前記光硬化性粘着剤は、60℃、90%RHにて JIS Z 0208 に準拠した透湿カップ法による透湿度が  $30 \text{ g/m}^2 \cdot 24 \text{ h} / 100 \mu\text{m}$  以下である両面粘着テープである。

#### 【0012】

本発明 4 は、本発明 3 の両面粘着テープの一方のセパレーターを剥離し、前記セパレーターを剥離した側の粘着層の表面に光を照射した後、透明又は半透明の基板上に設けられた電子注入電極と有機薄膜と正孔注入電極とからなる薄膜構造体が、前記両面粘着テープの光を照射した面と対向するように前記両面粘着テープを前記薄膜構造体の外側に被覆し、前記両面粘着テープのもう一方のセパレーターを剥離し、更に前記粘着層上にガラス板を被せることにより前記薄膜構造体が封止されてなる有機エレクトロルミネッセンス素子である。

以下に本発明を詳述する。

#### 【0013】

本発明 1 の封止フィルムは、防湿性フィルムからなる基材と粘着層とからなるものであり、本発明 3 の両面粘着テープは、粘着層の両面にセパレーターを有するものである。本発明 1 の封止フィルムと本発明 3 の両面粘着テープとは、その構造が異なるものであり、その用途としては特に限定されず、いずれも種々の用途に用いることができるが、透明又は半透明の基板上に設けられた電子注入電極と有機薄膜と正孔注入電極とからなる薄膜構造体を封止し、有機エレクトロルミネッセンス素子（有機 EL 素子）を製造する際に特に好適に用いることができる。

#### 【0014】

図 1 は、上記薄膜構造体の一例を模式的に示す断面図である。

図1に示すように、薄膜構造体20は、基板1上に、陽極2、正孔注入層3及び正孔輸送層4からなる正孔注入電極と、有機薄膜5（発光層）と、電子注入層6及び陰極7からなる電子注入電極とが、順次、積層された構造となっている。

なお、本発明に係る薄膜構造体の構造は、図1に示す構造に限定されず、例えば、少なくとも陽極2及び陰極7の間に有機薄膜5が形成されていればよいが、素子の性能を向上させるという点から、図1に示す薄膜構造体20のように、正孔注入層3、正孔輸送層4及び電子注入層6が形成された構造が好ましい。

#### 【0015】

図2は、本発明1の封止フィルムを模式的に示す断面図である。

図2に示すように、本発明1の封止フィルム30は、防湿性フィルム8と粘着層9とから構成されている。

なお、図2においては、薄膜構造体の外表面上に被覆する前の封止フィルムを示しており、粘着層9の防湿性フィルム8が形成された面の反対側面には、セパレーター10が形成されている。

#### 【0016】

防湿性フィルム1は、外部からの水分の侵入を防ぐ重合体フィルムであり、透湿度の小さい単層のフィルムからなるものであってもよく、複数の層からなる透湿度の小さいフィルムからなるものであってもよい。防湿性フィルム8が、複数の層からなる透湿度の小さいフィルムからなる場合、一般的には、透湿度の小さいフィルムと、吸湿性のあるフィルム又は吸水剤を塗布したフィルムとからなり、これらが積層された構成となっている。また、耐湿性を向上させるべく、上記透湿度の小さいフィルムは、アルミニウム、酸化アルミニウム、酸化珪素、窒化珪素等の薄膜が蒸着等により形成されたものであってもよい。更に、防湿性フィルム1は、例えば、アルミニウム箔の上にポリプロピレンやポリエチレンテレフタレート等の樹脂がラミネートされたものであってもよい。

#### 【0017】

上記透湿度の小さいフィルムの具体例としては、例えば、三フッ化ポリエチレン、ポリ三フッ化塩化エチレン（PCTFE）、ポリビニリデンフルオライド（PVDF）、PVDFとPCTFEとの共重合体、PVDFとポリフッ化塩化エ

チレンとの共重合体等のポリフッ化エチレン系ポリマー、ポリイミド、ポリカーボネート、ジシクロペンタジエン等のシクロオレフィン系樹脂、ポリエチレンテレフタレート等のポリエステル、ポリエチレン、ポリスチレン等が挙げられる。なかでも、透湿度が $50^{\circ}\text{C}$ 、 $90\% \text{RH}$ において、 $0.5 \text{ g/m}^2 \cdot 24 \text{ h}$ 以下のフィルムが好ましい。

#### 【0018】

上記吸湿性のあるフィルムの具体例としては、例えば、ナイロン6、ナイロン6・6等のポリアミド系ポリマー、ビニルアルコールとアクリル酸との共重合体、ポリエチレンオキサイド系重合体、アクリル酸と澱粉との共重合体、澱粉とアクリロニトリルとの共重合体等の高吸水性ポリマー等が挙げられる。

#### 【0019】

上記吸水剤の具体例としては、例えば、シリカゲル、モレキュラーシーブ、酸化カルシウム、酸化バリウム、酸化ストロンチウム等のアルカリ土類金属の酸化物等が挙げられる。

#### 【0020】

防湿性フィルム8の厚さは $10 \mu\text{m} \sim 1000 \mu\text{m}$ であることが好ましく、特に好ましくは $20 \mu\text{m} \sim 300 \mu\text{m}$ である。

#### 【0021】

本発明1の封止フィルムにおいて、粘着層9は、光硬化性粘着剤からなるものであり、該光硬化性粘着剤は、 $60^{\circ}\text{C}$ 、 $90\% \text{RH}$ にてJIS Z 0208に準拠した透湿カップ法による透湿度が $30 \text{ g/m}^2 \cdot 24 \text{ h} / 100 \mu\text{m}$ 以下である。上記光硬化性粘着剤の透湿度が $30 \text{ g/m}^2 \cdot 24 \text{ h} / 100 \mu\text{m}$ を超えると、有機EL素子を構成する基板上に設けられた電子注入電極と有機薄膜と正孔注入電極とからなる薄膜構造体が酸素や水の浸入により劣化してしまう。

#### 【0022】

上記光硬化性粘着剤は、光硬化する前は粘着性を示し、光硬化後は、粘着性よりもむしろ接着性を示し、このような光硬化性粘着剤としては特に限定されず、例えば、少なくとも光カチオン重合性化合物、光カチオン重合開始剤、粘着性ポリマー及び充填剤を含むものであることが好ましい。

## 【0023】

上記光カチオン重合性化合物は、光によりカチオン重合が進行して最終的に接着強度が発現する化合物であり、このような光カチオン重合性化合物としては特に限定されず、例えば、エポキシ基含有化合物、オキセタン化合物、オキソラン化合物等の環状エーテル化合物、環状エステル化合物、ビニルエーテル化合物、プロペニルエーテル化合物等が挙げられ、耐湿性及び膜物性の点から多官能エポキシ化合物が好ましい。

## 【0024】

上記エポキシ基含有化合物としては特に限定されず、例えば、ビスフェノールA系エポキシ樹脂、水添ビスフェノールA系エポキシ樹脂、ビスフェノールF系エポキシ樹脂、ノボラック型エポキシ樹脂、脂肪族環式エポキシ樹脂、臭素化エポキシ樹脂、ゴム変成エポキシ樹脂、ウレタン変成エポキシ樹脂、ナフタレン型エポキシ樹脂、ジシクロペンタジエン型エポキシ樹脂、グリシジルエステル系化合物、エポキシ化ポリブタジエン、エポキシ化スチレンーブタジエンスチレン共重合体（エポキシ化SBS）等が挙げられる。上記エポキシ基を有する化合物は、硬化後に高い接着性及び耐久性を発現させることができる。

また、エポキシ基含有化合物として、1個のエポキシ基を有する化合物を併用することにより可使時間の調整が容易になる。1個のエポキシ基を有する化合物としては、脂肪族、又は芳香族のエポキシが挙げられるが、粘着層の耐湿性や凝集力等の面から芳香族エポキシが好適に用いられる。

## 【0025】

上記光カチオン重合性化合物の配合量は、上記光カチオン重合性化合物と上記粘着性ポリマーとの合計100重量部に対して、10～95重量部であることが好ましい。10重量部未満であると、硬化後の粘着層9の耐湿性が不十分となるおそれがあり、一方、95重量部を超えると、粘着層9の常温での粘着性と、シート凝集力とが劣ることとなるおそれがある。

## 【0026】

上記光カチオン重合開始剤は、光の照射により上記光カチオン重合性化合物を重合又は硬化させる化合物であり、このような光カチオン重合開始剤としては特

に限定されず、例えば、感光性オニウム塩類や感光性有機金属錯体等が挙げられる。これらの光カチオン重合開始剤は、例えば、上記光カチオン重合性化合物がエポキシ基含有化合物である場合、光の照射により上記エポキシ基を開環重合させることができる。

#### 【0027】

また、光カチオン重合性化合物がエポキシ基含有化合物である場合、上記光カチオン重合開始剤としては、感光性オニウム塩化合物であることが好ましい。上記光カチオン重合性化合物のエポキシ基の開環重合を速やかに引き起こすエネルギー強度と、粘着層 9 への透過性とのバランスを図ることができることから、粘着層 9 の硬化反応を進行させるために照射する光としては、300 nm～800 nm の波長の紫外線が好適に用いられるが、上記感光性オニウム塩化合物は、このような波長の紫外線の照射により活性化される化合物だからである。なお、粘着層 9 の硬化反応を進行させるために照射する光については、後で詳述する。

#### 【0028】

上記粘着性ポリマーとしては、粘着層 9 に常温での粘着性と、シート凝集力とを与えることができるものであれば特に限定されず、例えば、アクリル系ポリマー、ポリエステル類、ポリウレタン類、シリコン類、ポリエーテル類、ポリカーボネート類、ポリビニルエーテル類、ポリ塩化ビニル類、ポリ酢酸ビニル類、ポリイソブチレン類、フェノキシ樹脂等のエポキシ類等が挙げられる。また、上記粘着性ポリマーは、これらのポリマーの主成分としてのモノマーを含む共重合体であってもよい。なかでも、従来から優れた初期粘着力を発揮するため、粘着剤の主成分として慣用されており、かつ、粘着物性の制御や可使時間の調節等が容易であることから、アクリル系ポリマー、ポリエステル類、フェノキシ樹脂等が好適に用いられる。特にフェノキシ樹脂を用いることにより、耐熱性、耐酸性等をさらに向上せしめることが出来る。上記粘着性ポリマーの分子量は特に限定はされないが、重量平均分子量が 10000 程度であることが好ましい。

#### 【0029】

上記充填剤としては特に限定されず、例えば、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、クレー、シリカ、マイカ、タルク、酸化チタン、アスベスト等の無機充填

剤、レーヨン、アクリル繊維、ナイロン繊維、ガラス繊維、炭素繊維、セルロース等の繊維、ガラスバルーン、シラスバルーン、塩化ビニリデンバルーン、アクリルバルーン等の中空状充填剤、ナイロンビーズ、アクリルビーズ、シリコンビーズ等の有機球状体、尿素メラミン樹脂粉末、アクリル樹脂粉末、フェノール樹脂粉末等の合成樹脂粉末、木粉、果実殻粉等の天然物粉末、これらの表面処理物等、従来公知の各種充填剤が挙げられる。これらは、単独で用いられてもよく、2種以上が併用されてもよい。

### 【0030】

上記充填剤の配合量は、上記光カチオン重合性化合物と上記粘着性ポリマーとの合計100重量部に対して、5～50重量部であることが好ましい。5重量部未満であると、粘着層9の透湿度が高くなってしまうおそれがあり、一方、50重量部を超えると、硬化後の粘着層9の接着強度や、常温での粘着性及びシート凝集力等が劣るものとなるおそれがある。

### 【0031】

粘着層9には、本発明の目的を阻害しない範囲で、必要に応じて、粘着層9の硬化を遅延させるために、脂肪族水酸基含有化合物、ポリエーテル類、アルコキシシラン類、シロキサン類、シラノール類等、密着性向上剤、補強剤、軟化剤、可塑剤、粘度調整剤、乾燥剤等の各種添加物が1種、又は、2種以上含有されていてよい。

### 【0032】

また、粘着層9の厚さは、封止する素子の種類、上記光硬化性粘着剤の種類、及び、目的とする光硬化性粘着剤の可使時間等を考慮して適宜調整されるが、1 $\mu$ m～1000 $\mu$ m程度であることが好ましい。

### 【0033】

上記光硬化性粘着剤からなる粘着層9は、光の照射を契機に徐々に硬化が進行し、その後に硬化が終了する。この際に、粘着層9の硬化を促進させるために、粘着層9に光を照射した後更に加熱してもよい。上記粘着層の可使時間は3分以上であることが好ましい。可使時間が3分より短いと基板等を張り合わせる前に硬化が進行してしまい十分な接着強度が得られ難くなるからである。なお、上記

光硬化性粘着剤の可使時間とは、光硬化性粘着剤からなる粘着層 9 に光を照射してから、粘着層 9 が粘着できなくなるまでの時間をいう。

#### 【0034】

防湿性フィルム 8 と粘着層 9 とからなる本発明 1 の封止フィルム 30 は、例えば、上述した粘着層 9 を構成する材料を熔融混合したり、粘着層 9 を構成する材料を溶剤に溶解したりして混合組成物を調製し、この混合組成物を、防湿性フィルム 8 の表面にホットメルト塗工やキャスト塗工等の公知の塗工方法により塗工することで作製することができる。

#### 【0035】

セパレーター 10 は、粘着層 9 の表面を保護する目的で形成されており、このセパレーター 10 は、有機 EL 素子を構成する基板上に設けられた電子注入電極と有機薄膜と正孔注入電極とからなる薄膜構造体の外表面上を、封止フィルム 30 で被覆する際に剥ぎ取られるものである。セパレーター 10 は、離型性を有するフィルムであれば特に限定されず、例えば、紙、ポリエチレンテレフタレート（PET）等のポリエステル、アルミニウム箔等からなる基材表面に、シリコン系材料からなる剥離剤をコートしたもの等が挙げられる。

#### 【0036】

本発明 2 の有機 EL 素子は、透明又は半透明の基板上に設けられた電子注入電極と有機薄膜と正孔注入電極とからなる薄膜構造体の外側を本発明 1 の封止フィルムで被覆することにより、上記薄膜構造体が封止されてなるものである。

#### 【0037】

上記透明又は半透明の基板上に設けられた電子注入電極と有機薄膜と正孔注入電極とからなる薄膜構造体としては特に限定されず、従来公知の有機 EL 素子を構成する薄膜構造体が挙げられる。具体的には、図 1 に示した薄膜構造体 20 が好適である。

#### 【0038】

本発明 2 の有機 EL 素子では、薄膜構造体 20 の外側を封止フィルム 30 により被覆するが、薄膜構造体 20 を、封止フィルム 30 で被覆する前に、図 3 に示すように、封止フィルム 30 からセパレーター 10 を剥離し、粘着層 9 が形成さ

れた面側から光を照射することが好ましい。

なお、図3は、本発明2の有機EL素子を製造する際の一工程を示す断面図である。

#### 【0039】

上記硬化反応を進行させるために照射する光の波長としては、上述した光カチオン重合開始剤が、光カチオン重合性化合物の重合又は硬化を開始させることができる波長であれば特に限定されず、光カチオン重合開始剤の感光波長に応じて適宜選択される。

また、上記光の照射量としては特に限定されず、上記光カチオン重合開始剤の種類や粘着層9の厚さ等により適宜決定される。

このような波長及び照射量の光を照射する照射光源としては特に限定されず、例えば、蛍光ランプ、高圧水銀灯、キセノン灯等が挙げられる。また、上記光は、粘着層9に直接照射してもよく、石英ファイバーや反射鏡等を利用して粘着層9に光線を導いてもよい。

#### 【0040】

封止フィルム30に光を照射した後、図4に示すように、粘着層9の可使時間内に、封止フィルム30の粘着層9形成側面と、薄膜構造体20の外表面とが接触するように、封止フィルム30で、有機EL素子20を被覆する。そして、手、ローラー等により封止フィルム30を薄膜構造体20の外表面に圧することで、薄膜構造体20を、封止フィルム30により封止する。

#### 【0041】

図4は、本発明2の有機EL素子の断面を模式的に示す断面図であり、図4において、薄膜構造体20の陽極2及び陰極7の引き出し端子部は、封止フィルムで被覆されずに、基板1の外縁部付近まで導出されている。

#### 【0042】

本発明2の有機EL素子では、薄膜構造体を封止フィルムにより被覆する際には、常温及び常圧にて行うことができるが、水分の制御が行われた空間内で行うことが好ましい。薄膜構造体を封止する際に水分が侵入することを確実に防止するためである。

## 【0043】

また、薄膜構造体を封止フィルムにより被覆する際、薄膜構造体の全体を封止フィルムで被覆することが好ましいが、本発明2の有機EL素子では、必ずしも薄膜構造体の全体を封止フィルムで被覆する必要はなく、少なくとも、薄膜構造体を構成する材料のうち、外気と接触することで、水分や酸素に侵されたり、酸化されたりして有機EL素子の発光特性が劣化する部分を封止フィルムで被覆すればよい。従って、本発明2の有機EL素子では、薄膜構造体の陽極の一部（外縁部付近や側面部分等）を封止フィルムで被覆しなくてもよい。

## 【0044】

また、本発明2の有機EL素子は、図5に示すように、薄膜構造体20の外側を無機物からなる保護膜11で封止し、更に保護膜11の上から封止フィルム30で被覆することにより、薄膜構造体20が封止されてなることが好ましい。薄膜構造体20を、水分や衝撃等から確実に保護することができるからである。

なお、図5は、保護膜で封止された後に、封止フィルムで封止された有機EL素子の断面を模式的に示す断面図である。

## 【0045】

無機物からなる保護膜11としては特に限定されず、例えば、 $\text{Si}_x\text{N}_y\text{O}_z$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、DLC（ダイヤモンドライクカーボン）等が挙げられる。保護膜11は、例えば、真空中におけるプラズマCVDやスパッタ、真空蒸着等により、薄膜構造体20上に形成することができる。

なお、本発明2の有機EL素子において、保護膜は、例えば、ポリイミド、ポリパラキシリレン等の有機物であってもよい。

## 【0046】

本発明1の封止フィルムによれば、粘着層に光硬化性粘着剤を用いるため、上記封止フィルムの粘着層にのみ光を照射することで、薄膜構造体を封止することができる。従って、薄膜構造体に直接光が照射されることがなく、薄膜構造体と粘着層が硬化する際に発生するガスとが触れることを防止することができるため、素子を痛めることなく、簡易に薄膜構造体を封止することができる。また、本発明1の封止フィルムの粘着層は、透湿度が低く該封止フィルムを用いて封止し

た薄膜構造体が酸素や水分の浸入により劣化することがない。

また、本発明 2 の有機 EL 素子は、本発明 1 の封止フィルムを用いてなるので長寿命とすることができる。

#### 【0047】

本発明 3 の両面粘着テープは、粘着層の両面にセパレーターを有するものである。上記粘着層は、光硬化性粘着剤からなり、上記光硬化性粘着剤は、60℃、90%RHにて JIS Z 0208 に準拠した透湿カップ法による透湿度が  $30\text{ g/m}^2 \cdot 24\text{ h} / 100\text{ }\mu\text{m}$  以下である。

また、上記光硬化性粘着剤は、光カチオン重合性化合物、光カチオン重合開始剤、粘着性ポリマー及び充填剤を含有するものであり、上記光カチオン重合性化合物の配合量は、上記光カチオン重合性化合物と粘着性ポリマーとの合計 100 重量部に対して、10～95 重量部であることが好ましい。更に、上記充填剤の配合量は、上記光カチオン重合性化合物と粘着性ポリマーとの合計 100 重量部に対して、5～50 重量部であることが好ましい。即ち、本発明 3 の両面粘着テープにおける粘着層は、上述した本発明 1 の封止フィルムの粘着層と同様のものが挙げられる。

#### 【0048】

図 6 は、本発明 3 の両面粘着テープの一例を模式的に示す断面図である。

図 6 に示すように本発明 3 の両面粘着テープ 40 は、粘着層 9 の両面にセパレーター 14、15 が形成されている。

#### 【0049】

セパレーター 15 は、粘着層 9 の保護フィルムとして機能し、セパレーター 14 は粘着層 9 の支持体として機能するものであり、このようなセパレーター 14 及び 15 としては特に限定されず、例えば、本発明 1 の封止フィルムにおいて説明したセパレーター 10 と同様のものが挙げられる。

なお、セパレーター 14 とセパレーター 15 とは、粘着層 9 に対する剥がれ易さに差をつけておくことが好ましい。粘着層 9 に光を照射する場合、先に一方のセパレーター 14 を剥離する必要がある、セパレーター 14 とセパレーター 15 との剥がれ易さに差をつけていないと、セパレーター 14 のみを剥がすことが困

難になる恐れがある。

#### 【0050】

粘着層 9 とセパレーター 14、15 とからなる本発明 3 の両面粘着テープ 40 は、例えば、粘着層 9 を構成する材料を熔融混合したり、粘着層 9 を構成する材料を溶剤に溶解したりして混合組成物を調製し、この混合組成物を、セパレーター 14 上にホットメルト塗工やキャスト塗工等の公知の塗工方法により塗工し、更にセパレーター 15 を積層することにより作製することができる。

#### 【0051】

本発明 4 の有機 EL 素子は、本発明 3 の両面粘着テープの一方のセパレーターを剥離し、上記セパレーターを剥離した側の粘着層の表面に光を照射した後、透明又は半透明の基板上に設けられた電子注入電極と有機薄膜と正孔注入電極とからなる薄膜構造体と、上記光を照射した粘着層とが対向するように上記両面粘着テープを上記薄膜構造体の外側に被覆し、上記両面粘着テープのもう一方のセパレーターを剥離し、更に上記粘着層上にガラス板を被せることにより上記薄膜構造体が封止されてなるものである。

#### 【0052】

上記透明又は半透明の基板上に設けられた電子注入電極と有機薄膜と正孔注入電極とからなる薄膜構造体としては特に限定されず、従来公知の有機 EL 素子を構成する薄膜構造体が挙げられる。具体的には、図 1 に示した薄膜構造体 20 が好適である。

#### 【0053】

本発明 4 の有機 EL 素子では、本発明 3 の両面粘着テープ 40 の一方のセパレーター 14 を剥離し、セパレーター 14 を剥離した側の粘着層 9 の表面に光を照射する。

#### 【0054】

上記光の波長や照射量等としては特に限定されず、例えば、上述した本発明 2 の有機 EL 素子において説明したものと同様のものが挙げられる。

#### 【0055】

両面粘着テープ 40 に光を照射した後、薄膜構造体 20 と光を照射した粘着層

9とが対向するように、本発明3の両面粘着テープを薄膜構造体20の外側に被覆する。そして、手、ローラー等により両面粘着テープ40を薄膜構造体20の外表面に圧着する。

#### 【0056】

両面粘着テープ40のもう一方のセパレーター15を剥離し、更に粘着層9上にガラス板を被せることにより薄膜構造体40を封止する。

なお、本発明4の有機EL素子では、薄膜構造体20を、両面粘着テープ40により封止する際は、本発明2の有機EL素子において、薄膜構造体を封止フィルムにより被覆する際と同様の条件で行うことが好ましい。

#### 【0057】

図7は、本発明4の有機EL素子の断面を模式的に示す断面図であり、図7において、薄膜構造体20の陽極2及び陰極7の引き出し端子部は、両面粘着テープで被覆されずに、基板1の外縁部付近まで導出されている。

#### 【0058】

また、薄膜構造体を両面粘着テープにより被覆する際、薄膜構造体の全体を両面粘着テープで被覆することが好ましいが、本発明4の有機EL素子では、必ずしも薄膜構造体の全体を両面粘着テープで被覆する必要はなく、少なくとも、薄膜構造体を構成する材料のうち、外気と接触することで、水分や酸素に侵されたり、酸化されたりして有機EL素子の発光特性が劣化する部分を両面粘着テープで被覆すればよい。従って、本発明4の有機EL素子では、薄膜構造体の陽極の一部（外縁部付近や側面部分等）を両面粘着テープで被覆しなくてもよい。

#### 【0059】

また、本発明4の有機EL素子は、薄膜構造体20の外側を無機物からなる保護膜で封止し、更に上記保護膜の上から本発明3の両面粘着テープで被覆することにより、薄膜構造体20が封止されてなることが好ましい。薄膜構造体20を、水分や衝撃等から確実に保護することができるからである。

#### 【0060】

上記保護膜としては特に限定されず、例えば、本発明2の有機EL素子において説明した保護膜11と同様のものが挙げられる。

## 【0061】

上記ガラス板に代えて粘着層 9 上に無機膜を形成して薄膜構造体 20 を封止してなる有機 EL 素子も本発明の 1 つである。上記無機膜としては特に限定されず、例えば、 $\text{Si}_x\text{N}_y\text{O}_z$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、DLC（ダイヤモンドライクカーボン）等が挙げられる。

## 【0062】

本発明 3 の両面粘着テープによれば、薄膜構造体を被覆する両面粘着テープの粘着層に光硬化性粘着剤を用いるため、上記両面粘着テープの粘着層にのみ光を照射することで、薄膜構造体を封止することができる。従って、薄膜構造体に直接光が照射されることがなく、薄膜構造体と粘着層が硬化する際に発生するガスとが触れることを防止することができるため、素子を痛めることなく、簡易に薄膜構造体を封止することができる。また、本発明 3 の両面粘着テープの粘着層は、透湿度が低く該両面粘着テープを用いて封止した薄膜構造体が酸素や水分の浸入により劣化することがない。

また、本発明 4 の有機 EL 素子は、本発明 3 の両面粘着テープを用いてなるので長寿命とすることができる。

## 【0063】

本発明 2 及び本発明 4 の有機 EL 素子において、粘着層 9 はフィルム状であり、薄膜構造体 20 の外側全体を覆うものとして説明したが、粘着層は、薄膜構造体 20 を囲うように形成されていてもよい。

## 【0064】

この際、薄膜構造体 20 の全体を囲うように上記粘着層を形成することが好ましいが、本発明 2 及び本発明 4 の有機 EL 素子では、必ずしも薄膜構造体 20 の全体を囲うように粘着層を形成する必要はなく、少なくとも、薄膜構造体 20 を構成する材料のうち、外気と接触することで、水分や酸素に侵されたり、酸化されたりして有機 EL 素子の発光特性が劣化する部分を囲うように、粘着層を形成すればよい。従って、本発明 2 及び本発明 4 の有機 EL 素子では、薄膜構造体の陽極の一部（外縁部付近や側面部分等）を囲わないように、粘着層を形成してもよい。

## 【0065】

以下、本発明4の有機EL素子を製造する場合について説明する。

図8は、薄膜構造体20を囲うように形成された粘着層の一例を模式的に示す断面図である。図8に示すように、その上下にセパレーター14、15が貼り付けられた環状の粘着層13を作製する。

## 【0066】

粘着層13の材料としては、本発明2の有機EL素子において説明した粘着層9の材料と同様のものを挙げることができる。

## 【0067】

粘着層13は、例えば、セパレーター14の表面に、薄膜構造体20の側面と接触するように形成してもよく、薄膜構造体20の側面と接触しないように、薄膜構造体20よりも少し大きめに形成してもよい。但し、粘着層13の厚さは、薄膜構造体20の上面と同じか、薄膜構造体20の上面よりも高くなるように調整する必要がある。粘着層13上にガラス板を被せる必要があるからである。

また、粘着層13を薄膜構造体20の側面と接触しないように形成し、粘着層13と薄膜構造体20との間に空間を形成した場合、薄膜構造体20が水分により劣化することをより確実に防止するために、上記空間内に乾燥剤を入れてもよい。

## 【0068】

図9に示すように、一方のセパレーター14を剥がし、粘着層13側から光を照射する。上記光としては、本発明2の有機EL素子で説明した光と同様の光が挙げられる。

## 【0069】

次に、粘着層13に光を照射した後、粘着層13の可使時間内に、粘着層13を、セパレーター15が形成された状態で薄膜構造体20を囲うように被せる。即ち、この時点で、薄膜構造体20は、その外周部分が、粘着層13により囲われ、その上面部分が、セパレーター15で覆われた状態となっている。

## 【0070】

次に、セパレーター15を剥がすことで、薄膜構造体20を囲うように、粘着

層 13 を形成する。

なお、図 10 は、本発明 4 の有機 EL 素子を製造する一工程を模式的に示す断面図であり、図 10 において、薄膜構造体 20 の陽極 2 及び陰極 7 の引き出し端子部は、粘着層 13 で囲われずに、基板 1 の外縁部付近まで導出されている。

#### 【0071】

そして、粘着層 13 上にガラス板 12 を被せた後、手、ローラー等により圧着することで、薄膜構造体 20 を粘着層 13 及びガラス板 12 により封止する。

なお、図 11 は、薄膜構造体 20 が粘着層 13 及びガラス板 12 で封止された本発明 4 の有機 EL 素子の断面を模式的に示す断面図である。

#### 【0072】

かかる方法により薄膜構造体が封止された本発明 4 の有機 EL 素子では、本発明 2 の有機 EL 素子と同様に、薄膜構造体 20 を囲うように、粘着層を形成し、この粘着層上にガラス板を被して圧着する際には、常温及び常圧にて行うことができるが、水分の制御が行われた空間内で行うことが好ましい。薄膜構造体を封止する際に水分が侵入することを確実に防止するためである。

#### 【0073】

また、この場合も本発明 2 及び本発明 4 の有機 EL 素子と同様に、薄膜構造体を保護膜で仮封止した後、薄膜構造体を囲うように、粘着層を形成することが好ましい。薄膜構造体を、水分や衝撃等から確実に保護することができるからである。

なお、上記保護膜については、本発明 2 の有機 EL 素子において説明した保護膜 11 と同様にして形成することができる。

#### 【0074】

##### 【実施例】

以下、実施例を掲げて本発明を更に詳しく説明するが、本発明はこれら実施例のみに限定されるものではない。

#### 【0075】

##### 〔薄膜構造体の作製〕

25mm×25mm×0.7mmの大きさのガラス基板に、ITO電極を10

0 nmの厚さで成膜したものを透明支持基板とした。上記透明支持基板を、アセトンで15分間超音波洗浄、アルカリ水溶液で15分間超音波洗浄、イオン交換水で15分間超音波洗浄、イソプロピルアルコールで15分間超音波洗浄、沸騰させたイソプロピルアルコールで10分間超音波洗浄の順番で洗浄した後、更に、UV-オゾンクリーナ（日本レーザー電子社製、NL-UV253）にて、直前処理を行った。

#### 【0076】

次に、この洗浄を行った透明支持基板を真空蒸着装置（日本真空技術社製）の基板ホルダに固定し、素焼きの坩堝にN', N-ジ（1-ナフチル）-N, N'-ジフェニルベンジジン（ $\alpha$ -NPD）を200mg入れ、また、異なる素焼きの坩堝にトリス（8-ヒドロキシキノリル）アルミニウム（Alq3）を200mg入れ、真空チャンバー内を、 $1 \times 10^{-4}$  Paまで減圧した。

#### 【0077】

次に、 $\alpha$ -NPD入りのボートを加熱し、 $\alpha$ -NPDを蒸着速度 $15 \text{ \AA/s}$ で透明支持基板に堆積させ、膜厚 $600 \text{ \AA}$ の正孔輸送層を成膜した。このときの透明支持基板の温度は室温であった。続いて、上記正孔輸送層を形成した透明支持基板を、真空槽から取り出すことなく、もう一つの坩堝を加熱し、Alq3を蒸着速度 $15 \text{ \AA/s}$ で正孔輸送層に堆積させ、膜厚 $600 \text{ \AA}$ の有機薄膜（発光層）（Alq3膜）を形成した。

#### 【0078】

次に、一旦、正孔輸送層と、発光層とを形成した透明支持基板を真空チャンバーから取り出し、タングステン製抵抗加熱ボートにフッ化リチウムを200mg入れ、タングステン製フィラメントにアルミニウム線を1.0g巻き付けた。次に、上記正孔輸送層と、発光層とを形成した透明支持基板を、再度真空チャンバー内にセットして、真空槽を $2 \times 10^{-4}$  Paまで減圧した。そして、タングステン製抵抗加熱ボートを加熱して、フッ化リチウムを蒸着速度 $0.2 \text{ \AA/s}$ で発光層に堆積させ、膜厚 $5 \text{ \AA}$ の電子注入層を成膜し、続いて、タングステン製フィラメントを加熱して、アルミニウムを蒸着速度 $20 \text{ \AA/s}$ で電子注入層に堆積させ、膜厚 $1000 \text{ \AA}$ の陰極を成膜することで、薄膜構造体を作製した。

## 【0079】

## (実施例1)

## (1) 封止フィルムの作製

光カチオン重合性化合物として、エポキシ樹脂（ビスフェノールAグリシジルエーテル、油化シェルエポキシ社製 エピコート828）を用い、光カチオン重合開始剤として、芳香族スルホニウム6フッ化アンチモン塩（旭電化工業社製 アデカオプトマーSP170）を用い、粘着性ポリマーとして、テレフタル酸25モル%、イソフタル酸25モル%、エチレングリコール、ネオペンチルグリコール17.5モル%、ビスフェノールAのエチレングリコール付加物17.5モル%、及び、テトラメチレンエーテルグリコール25モル%が共重合されたポリエステルを用い、充填剤としてタルクを用いた。

## 【0080】

上記光カチオン重合性化合物80重量部、上記光カチオン重合開始剤1重量部、上記粘着性ポリマー20重量部、上記充填剤20重量部、メチルエチルケトン150重量部とを、ホモディスパー型攪拌混合機（商品名「ホモディスパーL型」、特殊機化社製）を用いて攪拌速度3000rpmで均一に攪拌混合して、光硬化性粘着剤組成物を調製した。

## 【0081】

次に、防湿性フィルムとして、厚さ7 $\mu$ mのアルミニウム箔の両面に厚さ50 $\mu$ mのポリエチレンテレフタレートがラミネートされたものを使用し、バーコータを用いて、塗工後の厚みが100 $\mu$ mとなるように、上記光硬化性粘着剤組成物を上記防湿性フィルム上に塗工、乾燥させて、光硬化性粘着剤からなる粘着層を形成し、封止フィルムを作製した。そして、上記封止フィルムの粘着層形成面に、セパレーターとして、シリコーン離型処理が施されたPETフィルムの離型処理面をラミネートして封止フィルムを得た。

## 【0082】

## (2) 薄膜構造体の封止

上記封止フィルムのセパレーターを剥離した後、封止フィルムの粘着層形成面に、超高圧水銀灯を用いて、波長365nmの紫外線を、照射量が2400mJ

／ $\text{cm}^2$ となるように照射した。その後、速やかに封止フィルムを、窒素ガスを流通させたグローブボックス内に移した上記薄膜構造体の外表面上に被覆し、手にて上記封止フィルムを圧着して、薄膜構造体の封止を行い有機EL素子を製造した。

#### 【0083】

##### (実施例2)

実施例1と同様にして光硬化性粘着剤組成物を調製し、支持体として、離型処理が施された厚み $50\mu\text{m}$ のPETフィルム（セパレーター）上に、バーコータを用いて塗工後の厚みが $100\mu\text{m}$ となるように、上記光硬化型エポキシ樹脂組成物を上記PETフィルム上に塗工し、乾燥させて、粘着層を形成した。

なお、上記粘着層は、その内部に薄膜構造体の正孔輸送層、発光層、電子注入層及び陰極を囲うことができる筒状とした。次に、上記粘着層のPETフィルム非形成面に、保護フィルムとして、シリコン離型処理が施されたPETフィルム（セパレーター）の離型処理面をラミネートして両面粘着テープを作製した。

#### 【0084】

次に、上記保護フィルムとしてのPETフィルムを剥離した後、粘着層形成面に、超高圧水銀灯を用いて、波長 $365\text{nm}$ の紫外線を、照射量が $2400\text{mJ}/\text{cm}^2$ となるように照射した。その後、速やかに上記支持体としてのPETフィルムが形成された状態の粘着層を、窒素ガスを流通させたグローブボックス内に移した上記薄膜構造体の陽極上であって、正孔輸送層、発光層、電子注入層及び陰極の外周部分を囲うように被せ、上記支持体としてのPETフィルムを剥離することで、薄膜構造体の陽極上であって、正孔輸送層、発光層、電子注入層及び陰極の外周部分を囲うように粘着層を形成した。

そして、上記粘着層上に、 $25\text{mm}\times 25\text{mm}\times 0.7\text{mm}$ の大きさのガラス板を被せた後、手にて圧着し、薄膜構造体の封止を行い有機EL素子を製造した。

#### 【0085】

##### (比較例1)

実施例1で作製した薄膜構造体を、封止フィルムで封止せずに有機EL素子と

した。

### 【0086】

#### (実施例3)

##### (1) 封止フィルムの作製

光カチオン重合性化合物として、エポキシ樹脂（ビスフェノールAグリシジルエーテル、エピコート828、油化シェルエポキシ社製）を用い、光カチオン重合開始剤として、芳香族スルホニウム6フッ化アンチモン塩（アデカオプトマーSP170、旭電化工業社製）を用い、粘着性ポリマーとしてフェノキシ樹脂（EP1256、ジャパンエポキシレジン社製）、充填材としてタルクを用いた。

### 【0087】

上記エポキシ樹脂30重量部、上記光カチオン開始剤1重量部、上記フェノキシ樹脂70重量部、上記充填材20重量部及びメチルエチルケトン150部とを、ホモディスパー型攪拌混合機（商品名「ホモディスパーL型、特殊機化社製）を用いて攪拌速度3000rpmで均一に攪拌混合して、光硬化性粘着剤組成物を調整した。

### 【0088】

次に、防湿性フィルムとして、易接着ポリエステルフィルム（38 $\mu$ m）／黒色印刷面（5 $\mu$ m）／アルミ箔（7 $\mu$ m）／ポリエステルフィルム（38 $\mu$ m）の構造の多層フィルムを使用し、バーコータを用いて、塗工後の厚さが20 $\mu$ mになるように、上記効果性粘着剤組成物を塗工、乾燥させて、光硬化性粘着剤からなる粘着層を形成し、次いで得られた粘着層面に、保護フィルムとしてシリコーン離型処理が施されたPETフィルムの離型処理面をラミネートして、封止フィルムを作製した。

一方、透湿度及びアウトガスを測定するために、離型処理されたPETフィルム上に上記粘着剤組成物を、塗工後の厚さが100 $\mu$ mとなるように塗工、乾燥したのち、離型処理されたPETフィルム粘着層面にラミネートして、測定用封止フィルムを作製した。

### 【0089】

## (2) 薄膜構造体の封止

上記封止フィルムのセパレーターを剥離し、封止フィルムの粘着層形成面に超高圧水銀灯を用いて波長 365 nm の紫外線を照射量が  $1200 \text{ mJ} / \text{cm}^2$  となるように照射した。その後、速やかに封止フィルムを、窒素ガスを流通させたグローブボックス内に置かれた上記薄膜構造体の外表面に上に被覆し、ハンドローラーにて上記封止フィルムを圧着して、薄膜構造体の封止を行い、有機 EL 素子を製造した。

### 【0090】

#### (実施例 4)

実施例 1 において、エポキシ樹脂（エピコート 828）30 重量部の代わりに、エピコート 828 を 25 重量部、フェニルグリシジルエーテル 10 重量部を用い対外は実施例 1 と同様にして有機 EL 素子を製造した。

### 【0091】

#### (比較例 2)

実施例 4 において、フェニルグリシジルエーテルの代わりにビスフェノール骨格及びエチレングリコール骨格を有するエポキシ化合物（新日本理化社製 リカレジン BPO-20E）を用いたこと以外は実施例 2 と同様にして有機 EL 素子を製造した。

### 【0092】

#### (比較例 3)

実施例 3 において、フェノキシ樹脂の代わりに、テレフタル酸 25 モル%、イソフタル酸 25 モル%、エチレングリコール、ネオペンチルグリコール 17.5 モル%、ビスフェノール A のエチレングリコール付加物 17.5 モル%、及びテトラメチレンエーテルグリコール 25 モル% が共重合されてなるポリエステルを用いたこと以外は実施例 2 と同様にして有機 EL 素子を製造した。

### 【0093】

#### [評価]

#### (通電発光テスト)

(1) 実施例 1、2 及び比較例 1 で得られた有機 EL 素子を、温度 60℃、相

対湿度 90% の条件下に 500 時間放置した後、有機 EL 素子に通電 (10 V) させて、ダークスポット及びダークライン (即ち、非発光部分) の有無を目視にて観察した。結果を表 1 に示した。

(2) 実施例 3、4 及び比較例 2、3 で得られた有機 EL 素子を、温度 40℃、相対湿度 60% の条件下に 500 時間放置した後、有機 EL 素子に通電 (10 V) させて、ダークスポット及びダークライン (即ち、非発光部分) の有無を目視にて観察した。結果を表 1 に示した。

(透湿度測定)

実施例 3、4 及び比較例 2、3 で得られた測定用封止フィルムの、一方のセパレーターを剥離し、粘着層に超高圧水銀灯を用いて波長 365 nm の紫外線を照射量が 2400 mJ/cm<sup>2</sup> となるように照射した。その後、もう一方のセパレーターを剥離し、得られたサンプルについて、透湿カップ法 (JIS Z 0208) により、透湿度を測定した (40℃、24 時間)。結果を表 1 に示した。

(アウトガス測定)

上記透湿度測定において得られたサンプルを、熱分析 (Seiko Instrument 社製、TG/DTA 6200) 装置にて、加熱時の重量減少を測定した (昇温速度 10℃/min)。結果を表 1 に示した。

【0094】

【表 1】

	実施例 1	実施例 2	実施例 3	実施例 4	比較例 1	比較例 2	比較例 3
ダークスポット	なし	なし	なし	なし	発光せず	若干有り	若干有り
透湿度( $\text{g}/\text{cm}^2 \cdot 24\text{hr}$ )	—	—	20	30	—	62	43
可使用時間(分)	—	—	3	8	—	10	10
質量減少率(%)	—	—	0.27	0.35	—	2.34	0.83

## 【0095】

## 【発明の効果】

本発明は、上記の構成よりなるので、薄膜構造体に直接熱や光を照射することなく、また、粘着層が硬化時に発生するガスの影響を受けることなく薄膜構造体を簡易に封止することができ、更に、封止した薄膜構造体が酸素や水分の浸入により劣化することがないため、長寿命の有機エレクトロルミネッセンス素子とすることができる封止フィルム、両面粘着テープ、及び、これらを用いてなる有機エレクトロルミネッセンス素子を提供できる。

## 【0096】

## 【図面の簡単な説明】

## 【図1】

薄膜構造体を模式的に示す断面図である。

## 【図2】

本発明1の封止フィルムの一例を模式的に示す断面図である。

## 【図3】

本発明2の有機EL素子の製造における一工程を模式的に示す断面図である。

## 【図4】

本発明2の有機EL素子を模式的に示す断面図である。

## 【図5】

本発明2の有機EL素子の別の形態を模式的に示す断面図である。

## 【図6】

本発明3の両面粘着テープの一例を模式的に示す断面図である。

## 【図7】

本発明4の有機EL素子を模式的に示す断面図である。

## 【図8】

本発明3の両面粘着テープの別の一例を模式的に示す断面図である。

## 【図9】

図8に示す両面粘着テープを用いて本発明4の有機EL素子を製造する一工程を模式的に示す断面図である。

## 【図 10】

図 8 に示す両面粘着テープを用いて本発明 4 の有機 EL 素子を製造する一工程を模式的に示す断面図である。

## 【図 11】

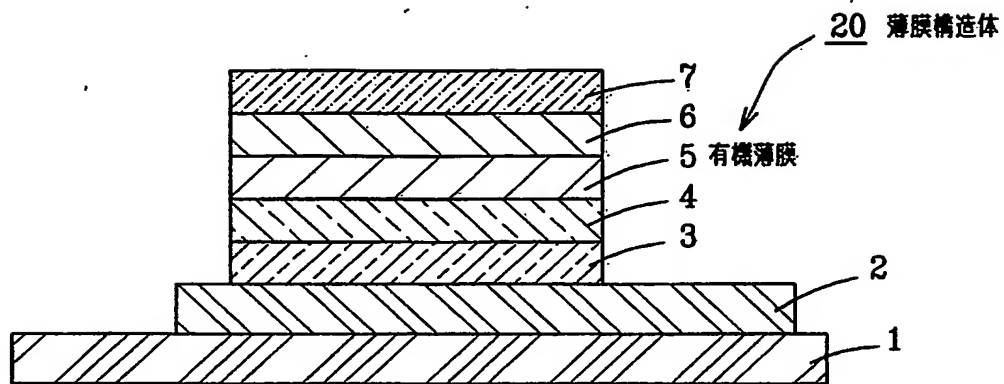
図 8 に示す両面粘着テープを用いて製造した本発明 4 の有機 EL 素子を模式的に示す断面図である。

## 【符号の説明】

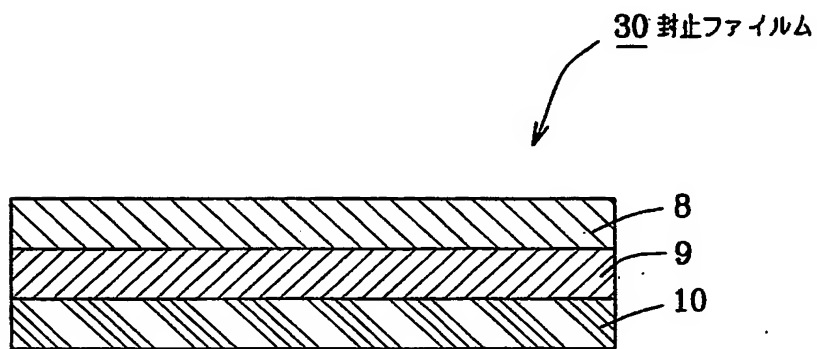
- 1 基板
- 2 陽極
- 3 正孔注入層
- 4 正孔輸送層
- 5 有機薄膜
- 6 電子注入層
- 7 陰極
- 8 防湿性フィルム
- 9 粘着層
- 10、11 セパレーター
- 12 ガラス板
- 13 粘着層
- 14、15 セパレーター
- 20 薄膜構造体
- 30 封止フィルム
- 40 両面粘着テープ

【書類名】 図面

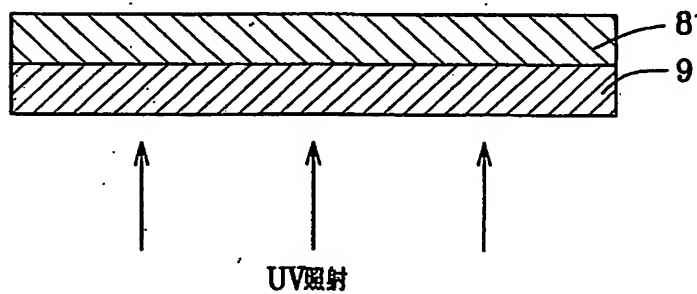
【図 1】



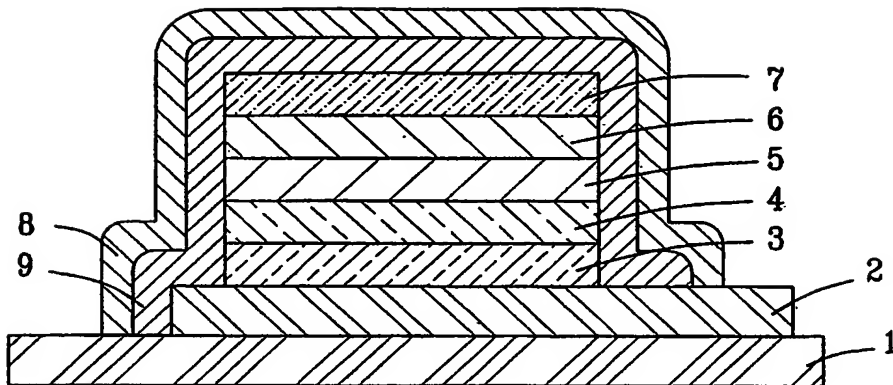
【図 2】



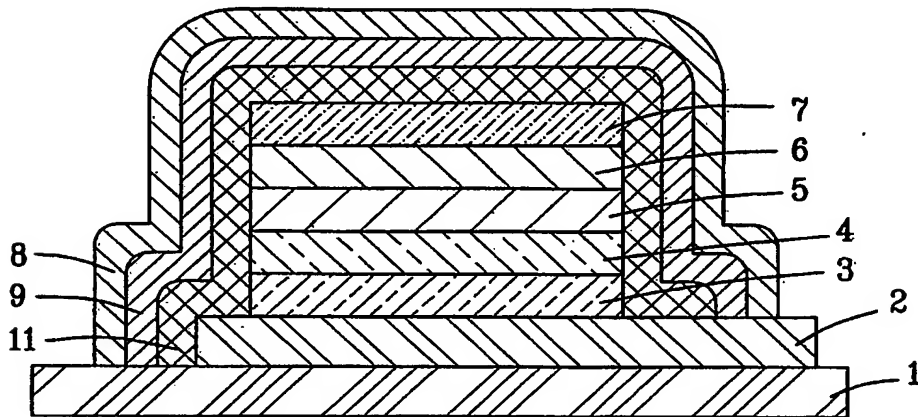
【図 3】



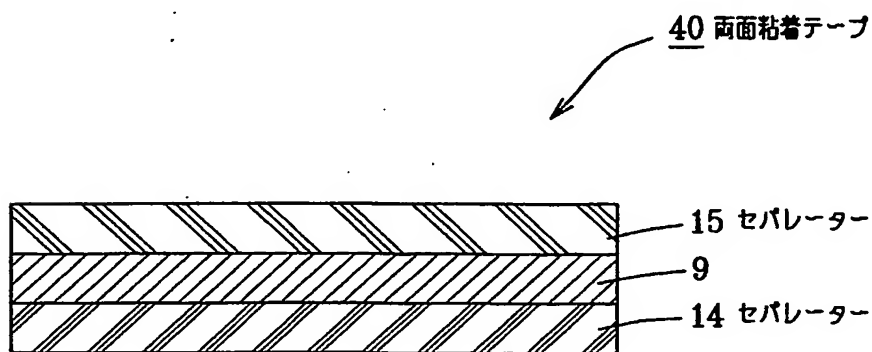
【図 4】



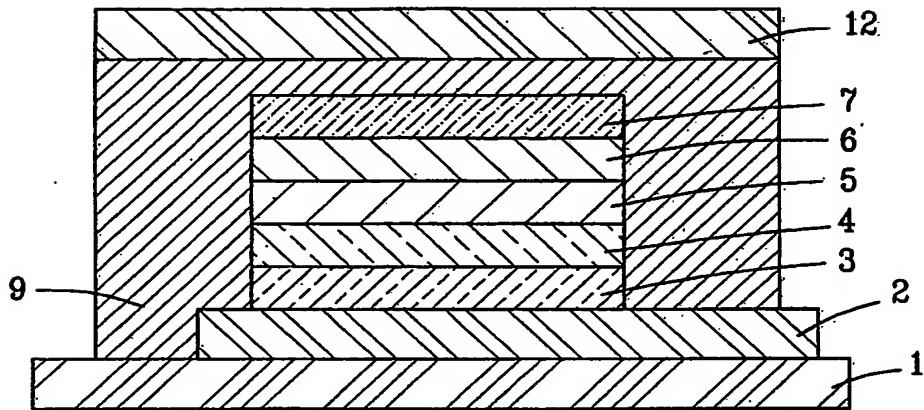
【図 5】



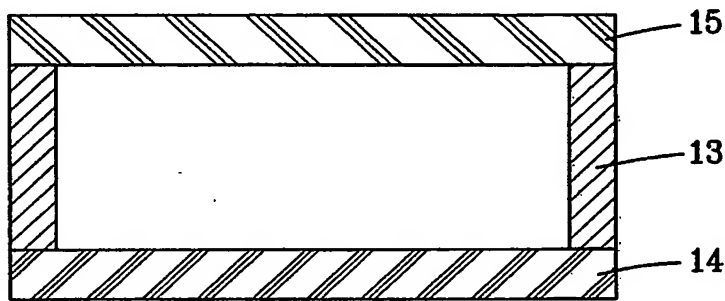
【図 6】



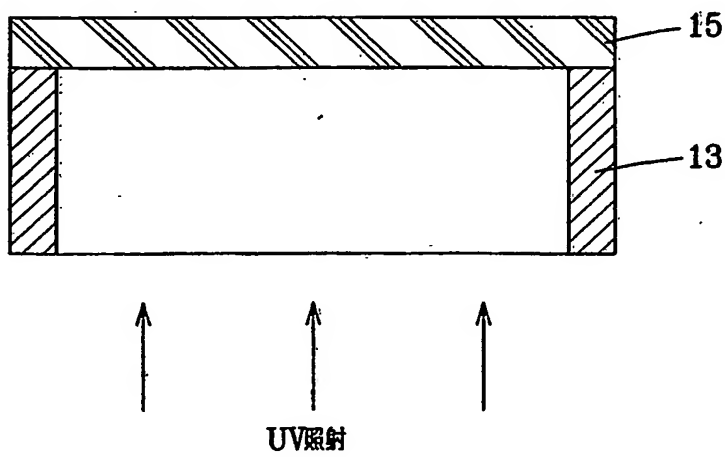
【図 7】



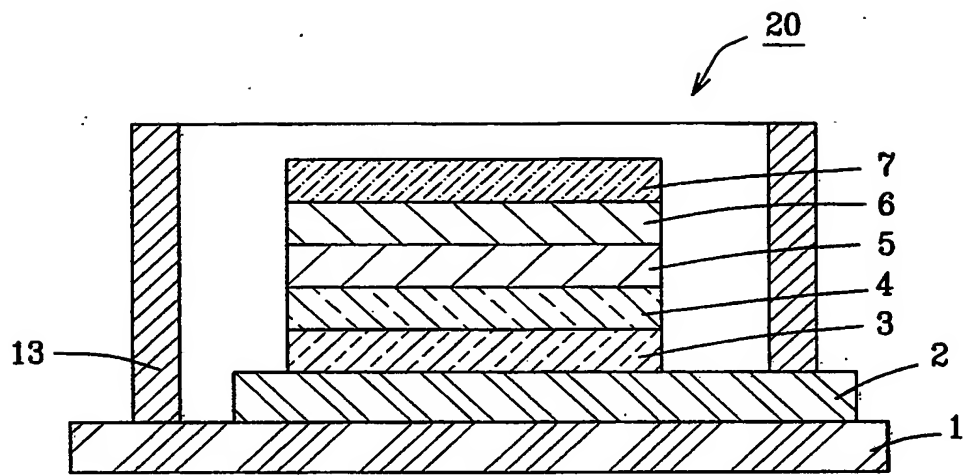
【図 8】



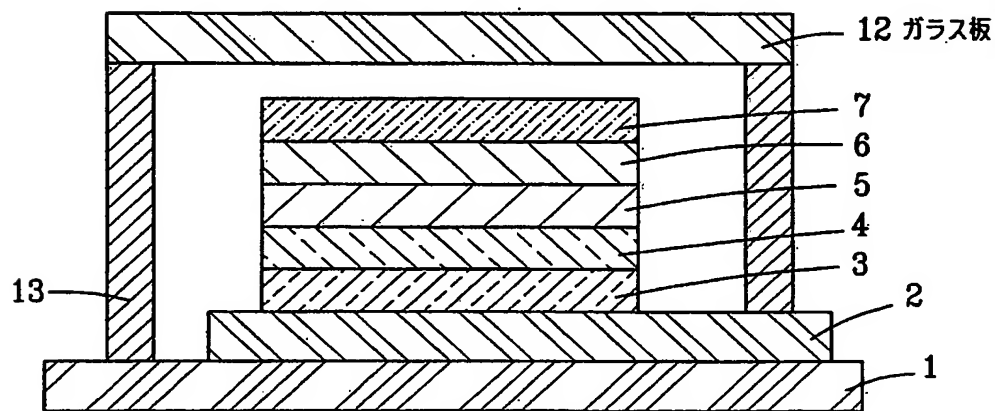
【図 9】



【図 10】



【図 11】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 有機EL素子が直接熱や光にさらされることなく、また、粘着層の硬化時に発生するガスの影響を受けることなく素子を簡易に封止することができ、更に、長寿命の有機エレクトロルミネッセンス素子とすることができる封止フィルム、両面粘着テープ、及び、これらを用いてなる有機エレクトロルミネッセンス素子の提供。

【解決手段】 防湿性フィルムと粘着層とからなり、前記粘着層が、光硬化性粘着剤からなり、前記光硬化性粘着剤が、60℃、90%RHにてJIS Z 0208に準拠した透湿カップ法による透湿度が $30\text{ g/m}^2 \cdot 24\text{ h}/100\text{ }\mu\text{m}$ 以下である封止フィルム及び両面粘着テープ。

また、上記封止フィルム又は両面粘着テープにより封止された有機EL素子。

【選択図】 なし

特願 2002-344510

出願人履歴情報

識別番号

[000002174]

1. 変更年月日 1990年 8月 29日  
[変更理由] 新規登録  
住 所 大阪府大阪市北区西天満 2 丁目 4 番 4 号  
氏 名 積水化学工業株式会社
2. 変更年月日 2003年 4月 7日  
[変更理由] 名称変更  
住所変更  
住 所 大阪府大阪市北区西天満 2 丁目 4 番 4 号  
氏 名 積水化学工業株式会社
3. 変更年月日 2003年 5月 9日  
[変更理由] 住所変更  
住 所 大阪府大阪市北区西天満 2 丁目 4 番 4 号  
氏 名 積水化学工業株式会社